

PETボトル詰茶類飲料の製造工程における充填後の冷却挙動

久延 義弘, 西郷 英昭, 小松 美博

Cooling Characteristics of Hot-filled PET Bottled Tea Drinks During Processing

Yoshihiro Hisanobu, Hideaki Saigo
and Yoshihiro Komatsu

Cooling characteristics of PET bottled tea drinks were examined during hot-filling at 90°C and water-cooling process.

- 1) Natural convection mode of cooling was demonstrated in comparison of fcx and jcx at upper vertical position of bottle with the values at lower vertical position, while difference of fcx was not observed at each horizontal position.
- 2) Value of fcx at the highest vertical position was almost 4 times larger than that of the lowest vertical position. This suggested that monitoring of cooling process was required with measurement of temperature at a fixed constant position of filled bottle.
- 3) Tea catechins decreased to 98% after hot-filling and immediately cooling, and decreased to 95% during hot-filling, holding and cooling process. 2% difference of tea catechins concentration was observed in a bottle at different vertical positions for analytical sampling. These results showed that there was no significant change in quality during production.
- 4) Showering was an effective cooling procedure in comparison with water-dipping on account of cooling efficiency and retention of catechins.
- 5) Shape and capacity of PET bottle did not affect on cooling behavior and retention of catechins.
- 6) Hot-filling with headspace volume up to 1.2% of bottle volume did not influence on cooling behavior and retention of catechins when compared with headspace-less filling.
- 7) The most rapid cooling down was observed at headspace position. This suggests that a certain hot holding time of headspace area is important on the production line of hot-filled PET bottled tea drinks.

Key words : PET bottle, green tea, catechins, hot-fill, cooling.

容器詰茶類飲料のホットパック仕様での製造において、PETボトルのような大型容器詰では、

注 本論文は缶詰時報7月号, 1995. 通巻847号掲載論文を転載したものである。

充填後の冷却に時間を要することから、この間の品質変化および冷却挙動を検討しておく必要がある。しかし、冷却時における大型容器内部の温度分布や熱履歴を詳しく検討した報告は見当たらない。

そこで、PETボトル詰茶類飲料を90℃でホットパックした後の冷却過程において、ボトル内の異なる部位における冷却の特性を比較すると共に、茶類飲料の代表的な成分であるカテキン類を加熱変化の指標として選び、その変化を調べた。

実験方法

1. 使用容器

丸形1.5ℓ（寸法：直径約9.2cm×高さ約30cm、外観：上部円形・下部六面体、重量：約59g）、角形1.5ℓ（寸法：巾約8.4cm×約8.4cm×高さ約30cm、外観：八面体、重量：約59g）、角形2ℓ（寸法：巾約11.3cm×約8.5cm×高さ約30cm、外観：八面体、重量：約80g）の耐熱タイプPETボトルを使用した。いずれも東洋製罐株式会社の1994年度製品で、同社から提供を受けた。

2. 充填方法

ホットパック仕様のPETボトル充填でのフィラー温度は、通常85℃前後とされているが、ここでは実験条件として90℃（±0.5℃）充填とした。

5分間沸騰後90℃とした熱水、または60℃で3分抽出し濾過後90℃に保持した煎茶抽出液を約15ℓ/分の速度で充填し、直ちにアルミ製PPキャップで密封した。

3. 冷却方法

縦置き正立状態での冷却を基本とし、巾15cm×15cm×深さ55cmの冷却水槽を使用した。雰囲気および冷却水の温度は25℃（±0.5℃）、冷却水の流量は約10ℓ/分とした。

シャワー冷却の場合は、パットの底に1cm間隔で開けた直径約2mmの孔からボトルに対し垂直に冷却水を自然流下させ、ボトルの底は水没しないようにした。

ボトルを水没させて冷却（水中冷却）する場合、最初は冷却水槽の上下から冷却水を導入し、満水まで10秒とし、以後は下部から導入して水槽の最上部からオーバーフローさせた。

4. ボトル内容液温度の測定方法

3種類のボトルについて、垂直および水平方向に測定点を設け（Fig. 1）、内容液の温度変化を測定した。

温度測定にはクロメル・アルメル熱電対（直径0.3mmC・A線）を使用し、あらかじめボトルまたはキャップに穿孔して装着したアダプターからクロメル線とアルメル線を別々に挿入し、接点を溶接後、両側へ僅かに引っ張り、たるまない状態で各測定点位置に固定した。出力は冷接点補正した記録計で連続的に記録した。

ヘッドスペースが存在する場合の液面付近の温度は、発泡スチロールの小片に直径0.1mmC・A熱電対を装着し、液面に浮かした状態で液面の5mm下部（以下液面側）と液面の5mm上部（以下ヘッドスペース部）を測定した。また、ボトルの底から5mm上部（以下ボトル底側）も測定した。満注充填した場合も、キャップの裏側5mm下部（以下キャップ側）とボトル底側を測定した。

5. 冷却特性の表し方

円筒形容器に充填された対流支配型食品の冷却特性の一般的な表し方は、測定点温度と冷却媒

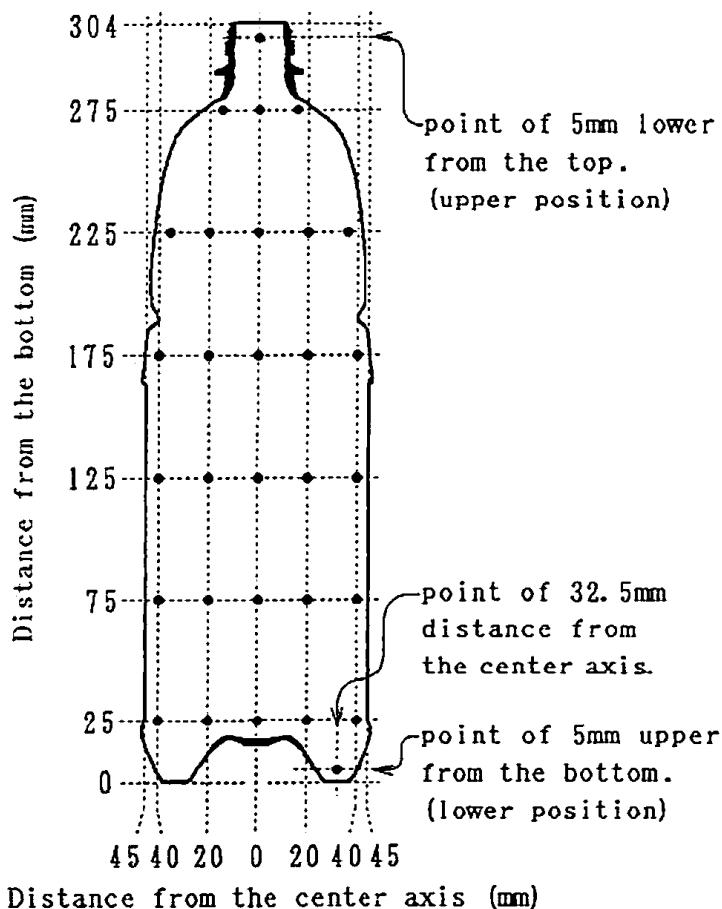


Fig. 1. Cross section and measuring point of temperature of 1.5 l round shape PET bottle.

体温度の差の対数と冷却時間をプロットして冷却曲線を求め、その1対数周期を横ぎるのに必要な時間を f_c (分)、冷却曲線を直線近似したときの切片定数を j_c で表す¹⁾ のが常法である。

本来これらは容器内の最遅冷却点について定義されているものであるが、ここでは冷却過程で、容器内の異なる部位の冷却速度を相対的に比較する目的で、各測定点について算出し、 f_{cx} 、 j_{cx} として表した。

6. カテキン類の定量方法

前報²⁾ 同様、寺田ら³⁾ の方法に準じて高速液体クロマトグラフ (HPLC) 法で各カテキン類を定量し、天然型カテキン類 ((-)-エピガロカテキン, (-)-エピカテキン, (-)-エピガロカテキンガレート, (-)-エピカテキンガレート) の合計値をカテキン類量とした。

ただし、カテキン類は加熱により異性化反応を起こし易い⁴⁾ ので、温度の高い試料は Fig. 2 の A の方法で迅速に冷却しながら採取した。さらに、各部位で試料を同時に採取する場合は Fig. 2 の B の方法を用いた。

結果と考察

1. ボトル内液体の垂直及び水平方向での冷却挙動

各 PET ボトルに熱水を満注充填し密封後、ただちに水中冷却した場合について、冷却の特性値 (f_{cx}) と冷却の遅れ係数 (j_{cx}) を求め、垂直方向即ち液上下間の冷却挙動を比較した。

いずれのボトル詰とも、液下層部から上層部に向かって f_{cx} 及び j_{cx} とも大きくなる対流支配

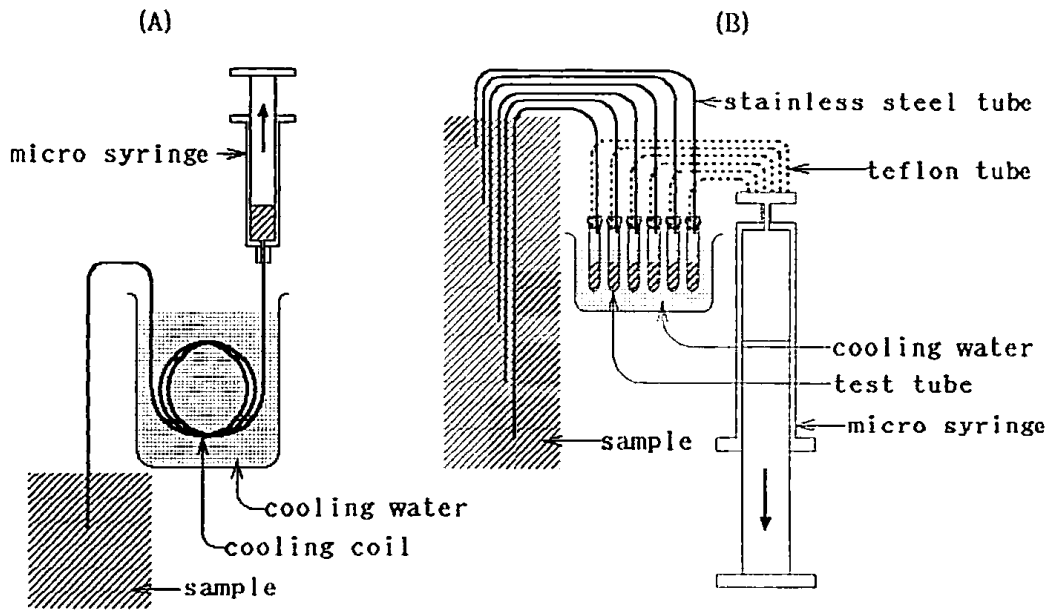


Fig. 2. Sampling apparatuses for HPLC analysis of catechins in tea infusion.

- (A), apparatus for sampling and quick cooling of hot tea infusion;
 (B), apparatus for simultaneous sampling from different vertical position.

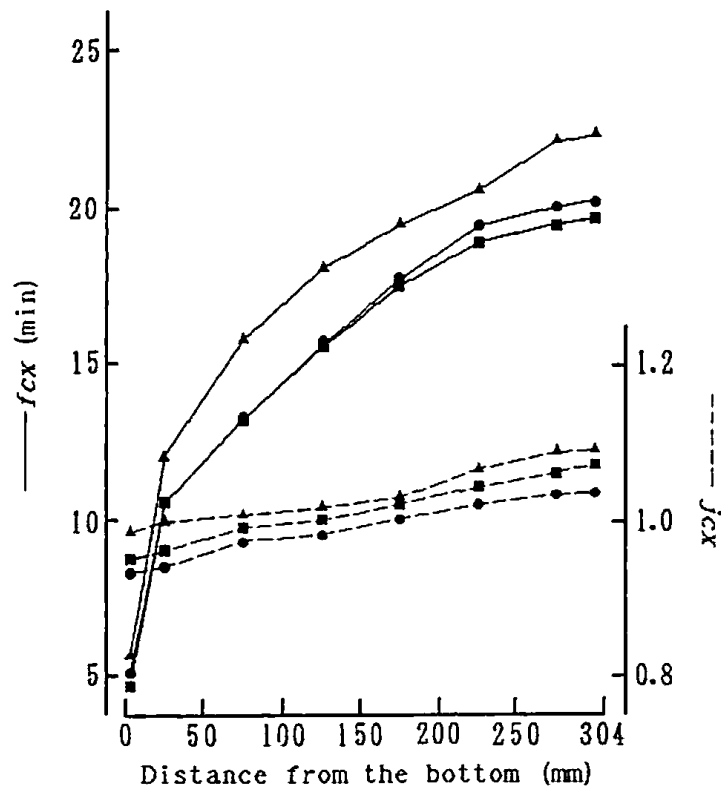


Fig. 3. Cooling characteristics (f_{cx} and j_{cx}) at different vertical position of hot-filled water in three kinds of PET bottles.

- , 1.5 l round shape; ■, 1.5 l square shape; ▲, 2 l square shape.

型の冷却を示し、液最上部であるキャップ側の冷却が最も遅く、冷却が最も速いボトル底側との間に fcx の値で約4倍の差を認めた (Fig. 3). 1.5ℓ ボトル詰で形状による fcx の差はほとんどなかったが、 jcx は丸形1.5ℓ ボトル詰がどの部位でも最も小さかった。2ℓ ボトル詰では fcx , jcx 共に1.5ℓ ボトル詰に較べ大きくなった。

また、熱対流型で一般的と考えられている中心軸ほど冷却の遅い形態⁵⁾とは異なり、水平方向すなわち同一等高線上の冷却特性にはほとんど差がなかった (Fig. 4)。

このことから、ボトル内の液最上部と液最下部の冷却挙動を調べれば他の部位は全てその間に含まれると考えられ、以後の測定はボトル底側とヘッドスペースを設定した場合の液面側、または満注充填した場合のキャップ側のみとした。

また、ボトル内の液上下間で冷却特性に大きな差があることから、製造ラインでは冷却工程の管理温度（以下冷却終了温度）の測定点を常にボトル内の一定の位置に保つことが重要であるといえる。

そこで、実験条件として、ボトル底から175mmの位置が40℃に到達した時点で冷却終了とした。

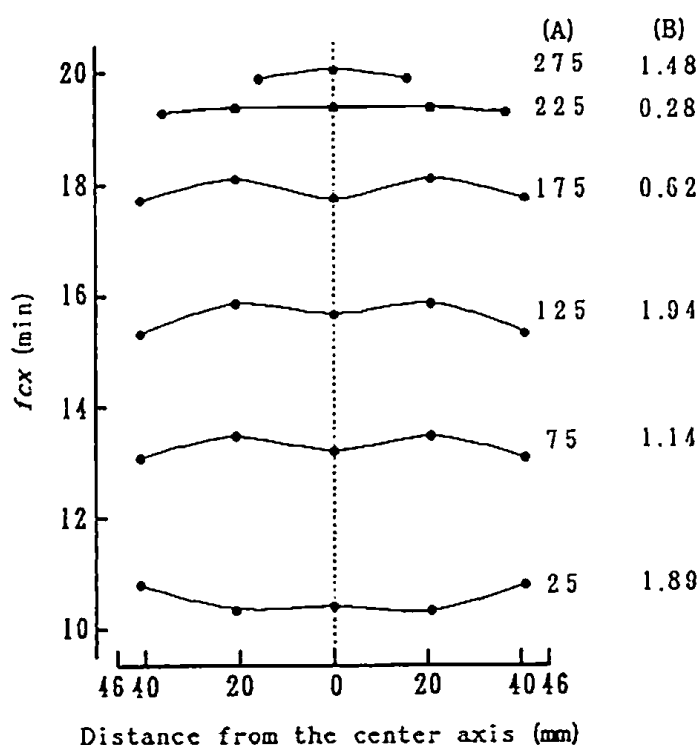


Fig. 4. Cooling characteristics (fcx) at different horizontal position of hot-filled water in 1.5ℓ round shape PET bottle.

(A), distance from the bottom (mm);
 (B), coefficient of variation (%).

2. 液垂直方向でのカテキン類の挙動

ボトル内の液上下間で冷却特性に差のある事から、加熱により異性化反応を起こし易いカテキン類残存率にも差が生じると考え、結果と考察の1項と同じ要領で満注充填した煎茶抽出液について、充填直後の濃度を100%として、液の垂直方向で部位によるカテキン類の残存率の違いを冷却終了時点で測定した。

冷却の遅い、すなわち熱履歴の大きい液上層部ほど残存率（図中では Γ ）が低く、ボトル内の液上下間で約2%程度の差がある事を認めた (Fig. 5).

しかし、試料採取時に攪拌して平均化すると残存率は約98%と高い事から、冷却工程中でのカテキン類の変化は実用上問題にならないと考えられる。

ボトル内の液上下間でカテキン類残存率の差は約2%と僅かであるが、 fcx の値には約4倍の差があり、ほとんど対応していない。この理由として、液の対流による拡散や試料採取時の乱流の影響が考えられる。

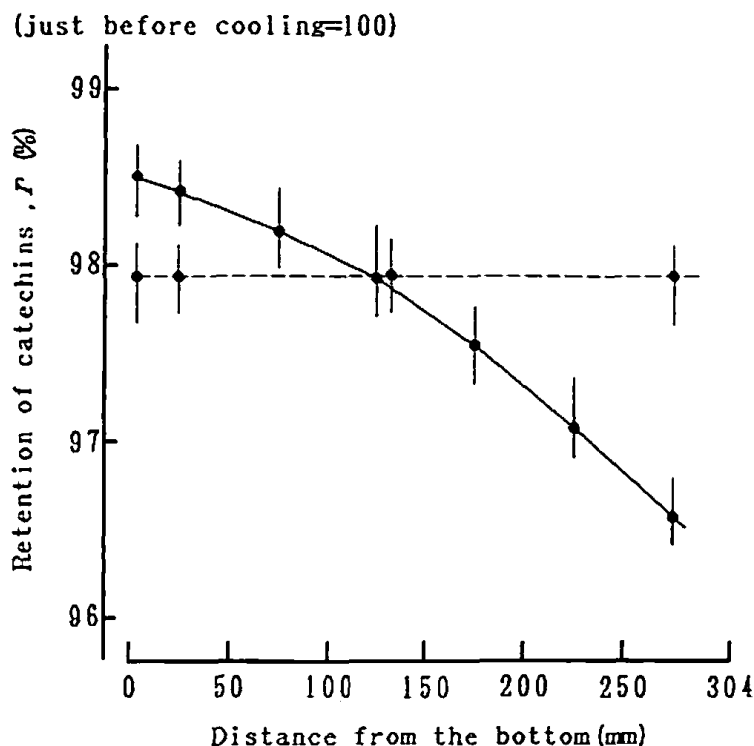


Fig. 5. Retention of catechins at different vertical position of hot-filled, PET bottled green tea drink after cooling.

—, sampling from different vertical position at the same time; ----, stirred just before sampling; \pm , mean value and standard deviation of 3 determination.

カテキン類は加熱により容易に異性化し茶類飲料の加熱指標となる⁶⁾。異性化はエピメリ化反応であり、この反応は一次反応で、82℃付近で活性化エネルギーが大きく変化し、この温度を超えるとカテキン類の変化が急に大きくなる⁷⁾。従って茶類飲料の品質変化の指標成分としてカテキン類を測定する場合、82℃以上の熱履歴について明らかにする必要がある。

これらを前提として、実際のPETボトル詰茶類飲料の90℃ホットパック仕様での製造工程 (Fig. 6) を参考に、充填後のライン条件を設定し (Fig. 7)、それをシュミレーションして冷却挙動を調べた。

3. シャワー冷却と水中冷却の比較

シャワー冷却と水中冷却における冷却挙動の差を調べるために、角形2ℓのPETボトルに熱水または煎茶抽出液を満注充填して比較した (Fig. 8)。

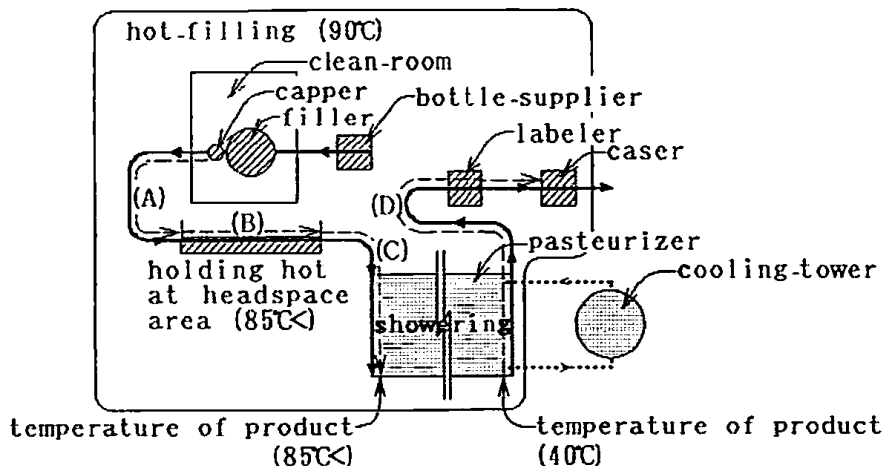


Fig. 6. Production line of PET bottled drinks (hot-filling line).

(A), Vertically transfer (30sec); (B), horizontally transfer (30sec);
 (C), vertically transfer (30sec); (D), vertically transfer (1min).

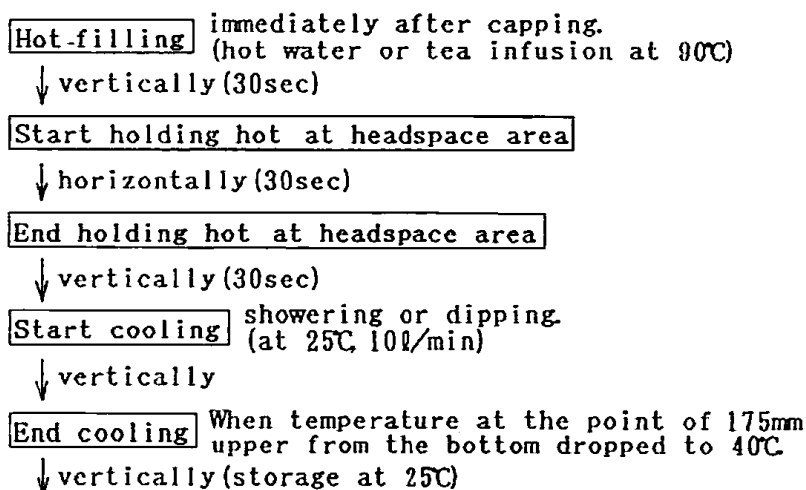


Fig. 7. Line specification after hot-filling.

ボトル底側の冷却挙動にはほとんど差は認められなかったが、キャップ側ではシャワー冷却の方が水中冷却より冷却終了温度に達するまでの時間で約1.5分、比率で約12%程度短縮され、冷却効率が高いといえる。

ただし、キャップ側の82℃以上の保持時間はいずれも約3分と差がなく、カテキン類残存率も約94%でほとんど差のない事から、冷却方法による成分的な品質の違いはほとんどないものと考えられる。

4. 各PETボトル間の比較

容器の形状や容積が冷却に及ぼす影響を調べるために、各PETボトルに熱水または煎茶抽出液を満注充填し、シャワー冷却を実施して比較した (Fig. 9)。

ボトル底側の冷却挙動にはほとんど差は認められなかったが、キャップ側で角形1.5ℓボトル詰は約2.8分、角形2ℓボトル詰は約3.1分、丸形1.5ℓボトル詰は約3.2分と、82℃以上の保持時

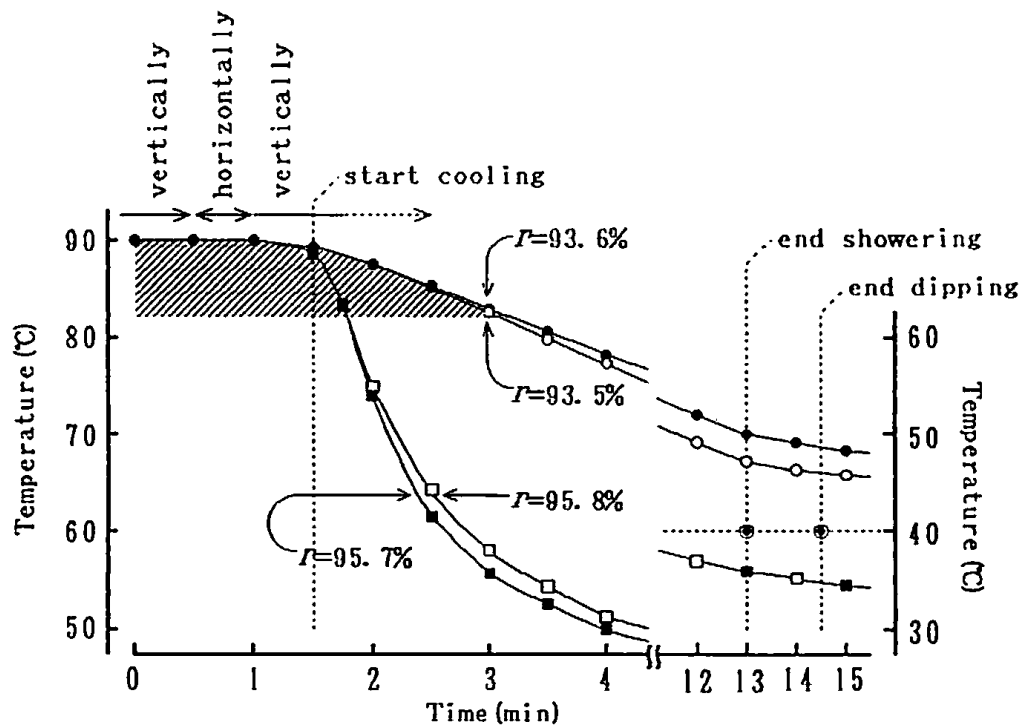


Fig. 8. Comparison of showering with dipping on water-cooling process.

⊙, 40°C, point of 175 mm upper from the bottom; ○, showering, upper position; □, showering, lower position; ●, dipping, upper position; ■, dipping, lower position; , region of above 82°C; Γ , retention of catechins at the each position (just after filling = 100).

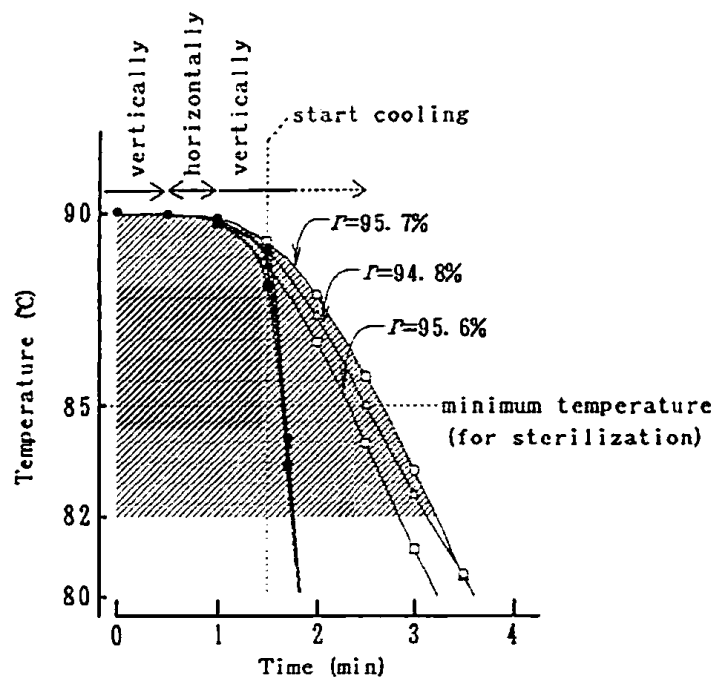


Fig. 9. Influence of shape and capacity of PET bottle on cooling behavior and retention of catechins.

○, 1.5 l round shape, upper position; □, 1.5 l square shape, upper position; △, 2 l square shape, upper position; ●, 1.5 l round shape, lower position; ■, 1.5 l square shape, lower position; ▲, 2 l square shape, lower position; , region of above 82°C; Γ , retention of catechins as a whole (just after filling = 100).

間に若干の差が認められた。

ただし、カテキン類残存率はいずれのPETボトル詰とも95%以上で差のない事から、ここで用いたPETボトルについては、その形状や容積が異なっても茶類飲料の品質に及ぼす差はほとんどないと考えられる。

また、90℃ホットパック仕様において、キャップ内面付近の加熱殺菌温度の下限である85℃に到達する時間は角形1.5ℓボトル詰で約2.3分、角形2ℓボトル詰で約2.5分、丸形1.5ℓボトル詰で約2.7分あり、各PETボトル詰とも、満注充填の場合はキャップ内面付近の加熱殺菌時間が最も長くなる事を認めた。

5. 満注充填とヘッドスペースが存在する場合の比較

ヘッドスペースが存在する場合の冷却挙動を調べるために、角形2ℓのPETボトルに熱水または煎茶抽出液を充填し、シャワー冷却を実施して満注充填した場合と比較した。

この場合、目標充填量を2000gにすると実験条件でのヘッドスペース量は約25mlとなった。

その結果 (Fig. 10)、ボトル底側の冷却挙動にはほとんど差がなく、冷却終了時間にも差は認められなかった。しかし、満注充填のキャップ側で約3.0分、ヘッドスペース設定の液面側で約

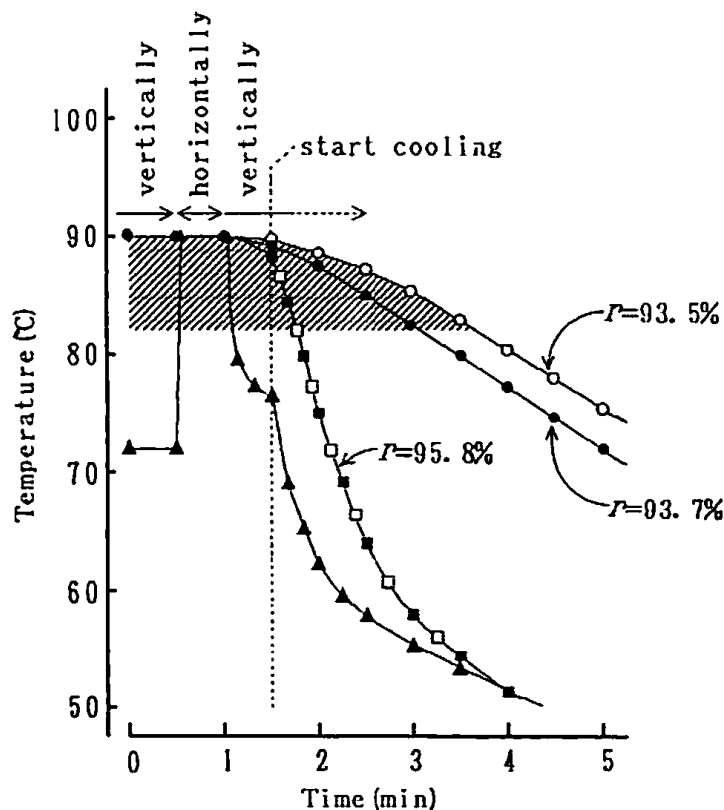


Fig. 10. Influence of headspace of filled PET bottle on cooling behavior and retention of catechins.

○, with headspace, position of 5mm lower from the upper level; □, with headspace, lower position; ●, without headspace, upper position; ■, without headspace, lower position; ▲, headspace position; , region of above 82°C; Γ, retention of catechins at the each position (just after filling = 100).

3.7分と、82℃以上の保持時間に差が認められた。

ただし、カテキン類残存率はいずれも約94%と差のない事から、充填時に容積比で約1.2%程度のヘッドスペースが存在しても、満注充填と較べて成分的な品質の差はほとんどないものと考えられた。

また、ヘッドスペース部はボトル内で最も冷却が速く、82℃以上およびキャップ内面付近の加熱殺菌に必要な85℃以上の保持時間もラインでの横置き工程（約30秒）しかなく、ボトル内で最も熱履歴の小くなる部位である事が明らかとなった。

ヘッドスペースが存在すると、満注充填した場合とは逆に、キャップ内面付近の加熱殺菌時間が最も短くなることは注目すべき現象である。茶類飲料のホットパック仕様における充填ラインでは、ボトルを一旦横置きすることでキャップ内面付近に内容液を接触させ、加熱時間を確保する工程が極めて重要であるといえる。

要 約

90℃ホットパック仕様でのPETボトル詰茶類飲料の製造工程における充填後の冷却挙動を調べた。

- 1) 冷却の形態はボトル内の液上層部ほど冷却が遅れる対流支配型であったが、水平方向の fcx にはほとんど差が認められなかった。
- 2) 冷却が最も遅いボトル内の液最上部と最も速い液最下部間の fcx の値には約4倍の差があった。
この事から、製造ラインでの冷却管理温度は、常にボトル内の一定の部位で測定する必要があるといえる。
- 3) 茶のカテキン類の減少率は、充填後直ちに冷却しても約2%あった。実際の製造工程では冷却に至る前工程の時間の影響が加わり約5%であった。また、ボトル内の液上下間ではいずれの場合も約2%の差を生じたが、実用上問題となる変化ではなかった。
- 4) シャワー冷却は水中冷却と比べて十分効率的な冷却法である事が、冷却挙動とカテキン類の残存率から明かとなった。
- 5) PETボトルの形状や容積が異なっても、冷却挙動やカテキン類の残存率にはほとんど差がなかった。
- 6) 充填時に容積比で約1.2%程度のヘッドスペースが存在しても、満注充填と比べて冷却挙動やカテキン類の残存率にはほとんど差がなかった。
- 7) ヘッドスペース部は冷却が著しく速いことから、充填ラインでのボトル横置きによるヘッドスペース部の加熱時間の確保が極めて重要である。

この研究は、東洋製罐株式会社技術本部の委託により実施し、日本缶詰協会第43回技術大会（新潟市）で口頭発表した。ここで実験材料の提供とともに、懇切なご助言を賜った同本部プラスチック容器技術第2部・平田部長、増尾主席部員および坂井室長に深謝の意を表す。

文 献

- 1) 日本缶詰協会編：缶びん詰レトルト食品のGMPマニュアル，日本缶詰協会（1979）。
- 2) 末松伸一，久延義弘，西郷英昭，松田良子，原京子，小松美博：日食工誌，39，178（1992）。
- 3) 寺田志保子，前田有美恵，増井俊夫，鈴木裕介，伊奈和夫：日食工誌，34，20（1987）。
- 4) Nakagawa, M.: *Agric. Biol. Chem.*, 31, 1283 (1967).

- 5) Teixeira, A.: Handbook of Food Engineering, p576, Marcel Dekker Inc. (1992).
- 6) Komatsu, Y., Hisanobu, Y., Suematsu, S., Matsuda, R., Saigo, H. and Hara, K.: Proceedings of the International Symposium on Tea Science (ISTS). (The Organizing Committee of ISTS), p571 (1991).
- 7) Komatsu, Y., Suematsu, S., Hisanobu, Y., Saigo, H., Matsuda, R. and Hara, K.: *Biosci. Biotech. Biochem.*, 57, 907 (1993).